



República Federativa do Brasil
Ministério do Desenvolvimento, Indústria
e do Comércio Exterior
Instituto Nacional da Propriedade Industrial

(21) **PI 0615389-5 A2**

(22) Data de Depósito: 29/08/2006
(43) Data da Publicação: 04/12/2012
(RPI 2187)



(51) *Int.Cl.:*
A23L 1/00
A61K 9/50
A23P 1/04

(54) Título: PARTÍCULA, MÉTODO DE PREPARAÇÃO DE UMA PARTÍCULA QUE ENCAPSULA UM INGREDIENTE ATIVO, E, USO DE UMA MATRIZ VÍTREA

(30) Prioridade Unionista: 30/08/2005 EP 05107932.5, 06/09/2005 US 60/714909, 06/09/2005 US 60/714909, 30/08/2005 EP 05107932.5

(73) Titular(es): FIRMENICH S.A.

(72) Inventor(es): Birgit Schleifenbaum, GRÉGORY DARDELLE, Gil Trophardy, Gil Trophardy, PIERRE ETIENNE BOUQUERAND, SÉBASTIEN GOUIN

(74) Procurador(es): Guerra Propriedade Industrial

(86) Pedido Internacional: PCT IB2006052995 de 29/08/2006

(87) Publicação Internacional: WO 2007/026307 de 08/03/2007

(57) Resumo: PARTÍCULA, MÉTODO DE PREPARAÇÃO DE UMA PARTÍCULA QUE ENCAPSULA UM INGREDIENTE ATIVO, E, USO DE UMA MATRIZ VÍTREA. A invenção atual refere-se a partículas compostas de um ingrediente ativo. O ingrediente ativo é encapsulado através de coacervação e adicionalmente é encapsulado por intermédio de uma matriz vítrea. A matriz vítrea é composta de 3 - 50% em peso de um amido hidrofobicamente modificado, e 50 - 97% em peso de um hidrolisado de amido. As partículas são úteis para o encapsulamento de ingredientes ativos que se destinam à ingestão oral e poderão ser adicionados a produtos alimentícios.

“PARTÍCULA, MÉTODO DE PREPARAÇÃO DE UMA PARTÍCULA QUE ENCAPSULA UM INGREDIENTE ATIVO, E, USO DE UMA MATRIZ VÍTREA”

Campo técnico

5 A invenção atual refere-se a partículas compostas de um ingrediente ativo, a um método para a preparação das partículas, e a um método para a estabilização de um ingrediente ativo encapsulado em cápsulas coacervadas, e a um método para mascarar ou evitar o gosto indesejável ou desagradável de um ingrediente ativo que se destine à ingestão oral.

10 Fundamentos da invenção

 O encapsulamento de agentes ativos, ingredientes, e moléculas ou composições, tais como suplementos nutritivos, farmacêuticos, herbicidas, inseticidas e vários outros, têm a finalidade de estabilizar uma forma concentrada, facilmente transportável e opcionalmente processável de um
15 ingrediente ativo até a sua liberação do sistema de encapsulamento em um local e tempo predeterminados. Isto pode variar, dependendo da natureza e da finalidade do ingrediente ativo. A arte anterior apresenta várias tecnologias de encapsulamento adaptadas para diferentes ingredientes ativos e diferentes locais de liberação e é claro que vários sistemas de encapsulamento produzem
20 características de liberação muito específicas e adequadas para ambientes e tempos específicos.

 A invenção atual procura apresentar um sistema de fornecimento e/ou encapsulamento para o encapsulamento de um ingrediente ativo que se destina à ingestão oral mas que não deve ser liberado antes de
25 chegar ao trato gastrintestinal. A invenção atual portanto refere-se a ingredientes ativos que, de preferência, não são liberados na cavidade oral, por exemplo, por causa do seu gosto indesejável e por causa do componente ativo ser mais efetivo se for liberado enteralmente. Exemplos de tais ingredientes ativos incluem produtos farmacêuticos desagradáveis, tais como

princípios ativos com um gosto amargo que se destinam à ingestão oral, ou suplementos nutritivos de gosto desagradável, como óleo de peixe, por exemplo, que tem um gosto de peixe e poderá também ter um cheiro resultante de da oxidação de ácidos graxos poliinsaturados presentes no óleo de peixe.

Com estes antecedentes, é claro que é um problema adicionar-se um ingrediente ativo em um produto alimentício evitando a sua liberação durante a mastigação e a trituração do produto alimentício.

Além disso, é desejável produzir-se um encapsulamento ou sistema de administração, que seja capaz de estabilizar definitivamente um ingrediente ativo quando ele é exposto a um ambiente contendo oxigênio, como por exemplo, a atmosfera. Assim sendo, é também um objetivo apresentar-se um ingrediente encapsulado em uma forma que permita uma vida de prateleira prolongada.

Também é desejável produzir-se grandes quantidades de ingrediente ativo em partículas ou cápsulas, ao mesmo tempo fornecendo as propriedades indicadas acima (por exemplo, liberação e estabilidade determinadas). Em outras palavras, é especialmente desejável produzir-se um sistema de encapsulamento com uma carga de ingrediente ativo aumentada.

Outros benefícios que são desejáveis, incluem a possibilidade de dosagem precisa do ingrediente ativo em um sistema/matriz de encapsulamento ou em um produto composto do sistema de encapsulamento, e a habilidade de dosar com precisão partículas ou cápsulas em um produto comestível, para fornecer uma quantidade específica de um ingrediente ativo.

A WO 97/13.416 apresenta um processo de encapsulamento duplo através do qual composições com sabor poderão ser encapsuladas. O processo apresentado se destina ao micro- encapsulamento de um agente de sabor através de coacervação, e secagem por aspersão da composição de sabor. Considerando-se que as composições de sabor são encapsuladas, esta

referência resulta em liberação na cavidade oral. Isto é contrário a invenção atual, a qual procura evitar a liberação na cavidade oral e ao contrário, visa a liberá-lo no trato gastrointestinal.

5 Lamprecht et al, em "Influências de parâmetros de processo na
preparação de micropartículas usadas como um sistema de veículo para os
ésteres de ácido graxo insaturado para omega 3 usados na nutrição
suplementar". J. Microencapsulation, 2001, volume 18, 3,347 - 357, apresenta
micropartículas contendo éster etílico do ácido eicosapentaenóico, preparado
através de coacervação e secado de várias formas. A secagem das
10 micropartículas através de secagem por aspersão mostraram ser menos
efetivas e produzirem uma proteção pior contra oxidação do que a secagem
em um banho de metanol. Adicionalmente, não foi executada nenhuma etapa
de endurecimento.

15 A invenção atual procura equacionar um ou mais dos
problemas mencionados acima e/ou apresentar um ou mais dos benefícios
mencionados acima.

Sumário da invenção

20 Notavelmente, os inventores atuais descobriram uma forma de
produzir uma barreira efetiva contra oxigênio em um ingrediente ativo
sensível a oxigênio que se destina a administração oral e portanto ter uma
estabilidade aumentada durante a vida de prateleira. Além disso, quando
administrado oralmente e incorporado em um produto alimentício, por
exemplo, as partículas, com surpresa, liberam o ingrediente ativo quando
chegam no trato gastrintestinal.

25 Assim sendo, de acordo com a invenção atual, é apresentada
uma partícula composta de um ingrediente ativo que é encapsulado em uma
ou mais cápsulas coacervadas sendo adicionalmente encapsuladas em uma
matriz vítrea, onde a matriz vítrea é composta de:

(i) 3 - 50% em peso de um amido hidrofobicamente

modificado, e

(ii) 50 - 97% em peso de um hidrolisado de amido.

A invenção atual também apresenta um método de preparação de um encapsulamento de partícula de um ingrediente ativo, o método sendo
5 composto das etapas de encapsulamento de um ingrediente ativo através de coacervação para obter-se uma ou mais cápsulas coacervadas, e a formação de uma matriz vítrea ao redor de uma ou mais cápsulas coacervadas, onde a matriz vítrea é composta de:

(i) 3 - 50% de um amido hidrofobicamente modificado e

10 (ii) 50 - 97% em peso de um hidrolisado de amido.

Em outro aspecto, a invenção atual apresenta o uso de uma matriz vítrea conforme definido acima, a matriz vítrea encapsulando uma ou mais cápsulas coacervadas para mascarar o gosto indesejável e/ou desagradável, cheiro ou amargura de um ingrediente ativo que se destine à
15 ingestão oral.

Ainda em outro aspecto, a invenção atual apresenta o uso de uma matriz vítrea conforme definido acima, a matriz vítrea encapsulando uma ou mais cápsulas coacervadas para a estabilização de um ingrediente ativo dentro da cápsula.

20 Ainda em outro aspecto, a invenção atual apresenta um produto alimentício composto de uma partícula de acordo com a invenção.

A invenção atual tem uma quantidade de vantagens inesperadas em relação à arte anterior. Graças à formulação específica e quantidades de ingredientes na matriz vítrea, é criada uma barreira contra o
25 oxigênio ao redor das cápsulas coacervadas. Fazendo isso, a vida de prateleira de um ingrediente ativo sensível a oxigênio pode ser grandemente aumentada. Uma outra vantagem importante é a termo- estabilidade excelente do ingrediente encapsulado. Sem desejarmos ser limitados pela teoria, acredita-se que uma parede criada ao redor de um ingrediente ativo através de

coacervação para obter-se cápsulas (micro)coacervadas, protege o ingrediente ativo contra os efeitos prejudiciais de calor. Isto permite que as partículas da invenção atual sejam incorporadas em um produto alimentício, a preparação do qual requer um tratamento térmico. Outras vantagens incluem as características de livre escoamento das partículas da invenção, assim como o cheiro reduzido percebido quando se cheira as partículas.

Descrição detalhada das realizações preferidas

A invenção atual refere-se a uma partícula contendo um ingrediente ativo. As partículas, no contexto da invenção atual, poderão ter qualquer forma, por exemplo, esféricas, arredondadas, semelhantes a uma haste, cúbicas, e semelhantes a um disco, planas, ou semelhantes a um filme tendo superfícies lisas ou erráticas. Geralmente, a forma da partícula da invenção atual é determinada pela forma de preparação da matriz vítrea. A partícula poderá ter um diâmetro médio, comprimento, espessura ou outra dimensão, dependendo da sua forma, na faixa de 5 μm a 1 cm, de preferência, 10 μm a 5 mm.

O termo "médio" conforme usado, por exemplo, na expressão "diâmetro médio" refere-se à média aritmética.

De preferência, as partículas da invenção atual são essencialmente secas, significando que elas têm um teor de água menor do que 10% em peso/peso da partícula, mais de preferência, menos de 9% em peso, e mais de preferência, menos de 8% em peso. No caso de partículas secas por aspersão, o teor de água, de preferência, é menor do que 6% em peso.

As percentagens, no contexto da especificação atual, são percentagens por peso com base no peso total de material seco, a não ser que seja indicado de outra forma.

As partículas são especialmente adequadas para ingestão oral.

Descobriu-se que as cápsulas encapsuladas da invenção atual

são especialmente efetivas em manterem uma barreira de oxigênio e evitarem a liberação indesejável de sabores ou aromas indesejáveis durante a estocagem.

Assim sendo, as partículas da invenção atual, de preferência, encapsulam um ingrediente ativo que é um ingrediente com um gosto amargo e/ou sensível a oxigênio. De preferência, ele é um suplemento nutritivo e/ou um medicamento. De preferência, o ingrediente ativo é composto de menos de 30% em peso de compostos de sabor e/ou fragrância, mais de preferência, menos de 20% em peso, ainda mais de preferência, menos de 10% em peso, e mais de preferência, ele é substancialmente ou mesmo totalmente isento de compostos de sabor e/ou fragrância.

Descobriu-se que as partículas da invenção atual são capazes de produzirem uma barreira excelente, evitando a migração indesejável de oxigênio para dentro da partícula e de sabores para fora da mesma, mesmo para ingredientes ativos encapsulados que são conhecidos como sendo um problema atual em relação a isto. São especialmente problemáticos os assim chamados "óleos de peixe". O óleo de peixe que é parte de uma classe de óleos conhecida como óleos ricos em ácidos graxos poliinsaturados (PUFA's). "óleo rico em PUFAs" é definido aqui como um óleo contendo 5% em peso de PUFAs, de preferência, pelo menos 10% em peso, mais de preferência, pelo menos 25% em peso, e mais de preferência, pelo menos 35% em peso de PUFAs, com base no peso total de óleo.

Assim sendo, a invenção atual é especialmente adequada para o encapsulamento de tais ingredientes.

Óleos ricos em PUFAs são tipicamente obtidos de fontes de peixes, algas ou plantas. Tais óleos poderão também ser preparados através de métodos diferentes, como destilação molecular, um processo através do qual a concentração de ácidos graxos escolhidos poderá ser aumentada.

O óleo rico em PUFAs, de preferência, é um óleo rico em

omega 3.

Mais de preferência, o óleo rico em PUFA's é composto de PUFA's escolhidas de ácido eicosapentaenoico (EPA), ácido docosaexaenoico (DHA), ácido araquidônico (ARA), ácido α -linolênico, ácido linoleico, e uma
5 mistura pelo menos de dois dos mesmos. De preferência, o óleo rico em PUFA's é composto de DHA e EPA, e mais de preferência, consiste essencialmente de DHA e EPA.

As partículas da invenção atual são compostas de um ingrediente ativo encapsulado por cápsulas coacervadas. Assim sendo, o
10 processo envolve a coacervação. De preferência, são obtidas microcápsulas coacervadas. As microcápsulas são definidas aqui como cápsulas tendo um diâmetro médio de 0,9 - 2000 μ m, de preferência, 2 - 300 μ m.

O termo "coacervação" para fins da invenção, refere-se a um processo para a preparação de cápsulas em um sistema pelo menos de duas
15 fases líquidas, referido aqui como um "sistema de coacervação".

Existe uma ampla literatura apresentando a coacervação. Por exemplo, a US-A-05/0067726 e a US-A-03/0193102 A1 apresentam a formação de coacervados múltiplos, tais como microcápsulas de um só núcleo e núcleos múltiplos tendo carcaças múltiplas obtidas por coacervação. Estas
20 microcápsulas encapsulam óleo de peixe. Outros documentos apresentando a coacervação incluem a US 2.800.457, US 5.035.896, US 5.603.952, EP 0 856 355, US 6.475.542, US 6.592.916 e WO/04/022221.

Em uma etapa do processo de coacervação, uma fase é colocada em suspensão na forma de gotas em outra fase. Também é possível
25 colocar-se em suspensão partículas sólidas para o encapsulamento através de coacervação. Neste caso, as partículas sólidas são colocadas em suspensão em uma fase líquida.

A fase líquida em suspensão geralmente é uma fase aquosa, as gotas da fase em suspensão geralmente sendo chamadas de fase hidrófoba,

orgânica ou oleosa. Em uma etapa de coacervação, são adicionados hidrocolóides na fase aquosa. Isto pode acontecer antes ou após a colocação em suspensão da fase orgânica na forma de gotas.

5 Geralmente, em coacervação complexa, os hidrocolóides são polieletrólitos. Na coacervação simples, poderão ser utilizados hidrocolóides com carga ou sem carga, como gelatina, etil celulose, metil celulose, e outros derivados celulósicos, dextrano, pululano, quaisquer outros polissacarídeos sem carga, álcool polivinílico, e qualquer outro polímero sintético com carga ou sem carga. Exemplos incluem material de proteína, como gelatina, 10 proteínas de soja, proteínas de ervilha, proteína de trigo, beta-lacto-globulina, quaisquer proteínas, chitosano, hidrocolóides ou polímeros sintéticos tendo um ponto isoelétrico, e material de carboidrato, como goma arábica, carboximetilcelulose, derivados de celulose, alginato, pectinatos, derivados de pectinatos e carragenano.

15 Dependendo da natureza da coacervação, um ou mais hidrocolóides da mesma categoria química ou de categoria química diferente (proteínas, carboidratos, e outros polieletrólitos) poderão ser utilizados. Por exemplo, na invenção atual, a coacervação complexa, de preferência, é composta do uso de gelatina e goma arábica como os hidrocolóides.

20 Durante uma etapa de separação de fase, a s hidrocolóides são agregados ao redor das gotas em suspensão. A própria fase aquosa poderá ser dividida em duas fases distintas; uma fase aquosa, rica em hidrocolóide, de coacervado denso, e uma fase aquosa, pobre em hidrocolóide. A fase rica em hidrocolóide, de preferência, forma uma camada ao redor das gotas em 25 suspensão.

A etapa de separação de fase poderá ser equacionada de várias formas. Na coacervação complexa, ela é feita alterando-se as cargas de um de pelo menos dois tipos diferentes de hidrocolóides presentes na fase aquosa. Na coacervação simples, a separação de fase poderá ser feita modificando-se

a solubilidade de um hidrocolóide de outra forma. Na invenção atual, a coacervação simples e a complexa são igualmente adequadas para a preparação de cápsulas coacervadas.

5 Em geral, a separação de fase poderá ser obtida modificando-se as propriedades da fase aquosa, por exemplo, alterando-se o pH, temperatura, aditivos (sais, etc) e/ou a concentração dos seus componentes.

Em uma realização especialmente preferida, é formada uma parede endurecida ao redor das cápsulas coacervadas. Geralmente, a etapa de endurecimento poderá ser executada por qualquer método conhecido na arte,
10 e depende da natureza do processo de coacervação.

Em um método preferido, a parede dos hidrocolóides é reticulada para a obtenção de uma parede endurecida ao redor das gotas em suspensão. Desta forma, são obtidas cápsulas compostas de um núcleo correspondendo às gotas em suspensão e uma parede formada pelos
15 hidrocolóides endurecidos. A reticulação, para fins da invenção atual, refere-se à formação de ligações covalentes entre os hidrocolóides que formam a parede.

Assim sendo, a invenção também se refere a uma cápsula coacervada composta de uma parede reticulada.

20 A reticulação poderá ser executada, por exemplo, enzimaticamente, pela ação da transglutaminase. Alternativamente, a reticulação poderá ser feita com agentes químicos, por exemplo, glutaraldeído. A reticulação enzimática é a preferida porque as partículas resultantes são isentas de glutaraldeído.

25 A pessoa versada na arte é capaz de ajustar o tamanho da gota da fase em suspensão composta do ingrediente ativo, e portanto pode determinar o tamanho das cápsulas a serem obtidas após a etapa de endurecimento, por exemplo, o tamanho de gota em um processo de coacervação poderá ser ajustado com um homogenizador de alta velocidade,

ou através do ajuste da velocidade de agitação com um dispersador.

Assim sendo, em uma realização da invenção atual, as cápsulas coacervadas são microcápsulas que têm um diâmetro médio na faixa de 0,9 - 300 μm .

5 Em uma outra realização, as cápsulas coacervadas são coacervados múltiplos, onde as microcápsulas formam cápsulas coacervadas internamente, grupos de mais de dois dos quais são adicionalmente encapsulados em uma cápsula formando uma cápsula coacervada externamente ao redor do grupo de cápsulas coacervadas internamente. Assim
10 sendo, as cápsulas coacervadas, de preferência, são pelo menos cápsulas coacervadas duplamente, obteníveis através da formação pelo menos de uma parede externa por intermédio de coacervação ao redor de microcápsulas coacervadas. Nas partículas compostas de um coacervado múltiplo, as
15 microcápsulas que formam as cápsulas coacervadas internamente, de preferência, têm um diâmetro médio na faixa de 0,9 - 40 μm , de preferência, 1,1 - 35 μm , mais de preferência, 1,5 - 20 μm e as cápsulas coacervadas externamente, de preferência, têm um diâmetro médio na faixa de 10 - 300 μm , de preferência, 50 - 150 μm , mais de preferência, 60 - 100 μm .

Assim sendo, as partículas da invenção atual, de preferência
20 são compostas de cápsulas coacervadas tendo um diâmetro médio de 0,9 - 150 μm , de preferência, 1 - 100 μm , mais de preferência, 1,1 - 50 μm , e mais de preferência, 1,5 - 50 μm .

O pequeno tamanho das cápsulas coacervadas da invenção atual apresenta uma vantagem importante pelo fato de, quando consumidas
25 oralmente, elas provavelmente escaparão quando estiverem sendo trituradas ou moídas entre os dentes do consumidor, e dessa forma passam inalteradas para o trato gastrintestinal. Por esta razão, as partículas da invenção atual, de preferência, são compostas de cápsulas coacervadas primárias tendo um diâmetro médio de menos ou igual a 150 μm ou ainda mais de preferência,

menos de ou igual a 100 μm . As cápsulas coacervadas primárias significam cápsulas que formam uma cápsula sozinha, ao contrário das cápsulas onde várias cápsulas coacervadas são adicionalmente encapsuladas através de coacervação para produzirem um coacervado secundário ou externo.

5 Após a coacervação, as cápsulas poderão ser separadas da água residual, a água tipicamente constituindo cerca de 60 - 90% em peso do sistema de coacervação, incluindo as fases aquosa e hidrófoba. A água pode ser removida de qualquer forma adequada, como por exemplo, por decantação e secagem.

10 Alternativamente, a água residual poderá ser removida somente parcialmente ou de nenhuma forma, após a coacervação. Isto tem a vantagem de uma etapa adicional de secagem poder ser omitida, fazendo com que o processo seja mais econômico. O sistema de coacervação poderá portanto ser utilizado diretamente na etapa de formação da matriz vítrea ao
15 redor das cápsulas coacervadas.

Nas partículas da invenção atual, as cápsulas coacervadas são adicionalmente encapsuladas em uma matriz vítrea especialmente formulada.

20 Uma matriz vítrea, para fins da invenção atual, é um sólido amorfo caracterizado por viscosidades da ordem de cerca de 10^{10} a 10^{12} Pa.s e uma mobilidade molecular extremamente baixa. A presença de um estado vítreo pode ser confirmada estabelecendo-se curvas características de calorimetria de varredura diferencial, cujas partículas usualmente são colocadas em estado emborrachado através de aquecimento lento e contínuo da câmara do calorímetro até pelo menos a Tg. Um bom entendimento do
25 estado vítreo é apresentado por Dominique Champion et al em "Towards an improved understanding of glass transition and relaxations in foods: molecular mobility in the glass transition range", Trends in Food Science and Technology 11 (2000) 41 - 55.

Para fins da invenção atual, a temperatura de transição de

vidro (e portanto a presença de um estado vítreo) é determinada por calorimetria, utilizando-se um calorímetro de varredura diferencial Mettler-Toledo DSC 822 (obtido da Mettler-Toledo GmbH PO Box VI-400, CH-8606 Greifensee Switzerland. As medições são feitas de uma quantidade de 10 mg de partículas vítreas em um recipiente de alumínio selado de 40 microlitros. São feitas 2 varreduras antes de -20°C a 95°C a 10°C/min com um resfriamento rápido a 200°C/min . no meio. O pico da curva derivativa da segunda varredura é considerado como o valor de transição de vidro (T_g).

Uma explicação adicional sobre o estado vítreo é dada em: Fan L. T. and Singh S. K., Controlled release: a quantitative treatment, in Polymer Properties and Applications 13, 1989, Springer Verlag; e, D. Benczedi, Flavor encapsulation using polymer-based delivery systems in Food Flavor Technology, A. J. Taylor ed. 2002, 152 - 166, Sheffield Press.

As matrizes vítreas geralmente poderão ser obtidas através de resfriamento de um líquido molecular abaixo da sua temperatura de transição de vidro. No caso de líquidos poliméricos (i.e. fundidos termoplásticos) também pode ser obtida uma matriz vítrea reduzindo-se o nível de plastificantes (por exemplo, água) presentes no fundido até que a sua temperatura de transição de vidro (T_g) exceda a temperatura T na qual o veículo é exposto ($T - T_g$) menor do que 0. A solidificação vítrea de um líquido ocorre portanto sempre que um sistema molecular é resfriado ou desplastificado a uma velocidade que evita o seu rearranjo em uma treliça cristalina bem organizada.

Em uma realização preferida, a matriz vítrea utilizada na invenção atual tem uma T_g acima de 25°C , mais de preferência, acima de 30°C , ainda mais de preferência, acima de 35°C , e mais de preferência, acima de 40°C . Com tal T_g , as partículas da invenção atual geralmente são de livre escoamento e não são pegajosas, quando expostas a condições ambientes.

A matriz vítrea ao redor das cápsulas coacervadas poderá ser

preparada por secagem por aspersão, extrusão, granulação por aspersão, revestimento por aspersão e/ou aglomeração por aspersão, juntamente com os componentes da matriz vítrea.

Os processos de secagem por aspersão, extrusão, granulação por aspersão, e aglomeração por aspersão são bem conhecidos pela pessoa versada. No contexto da invenção atual, as partículas coacervadas são misturadas com outros componentes da matriz vítrea e o teor de água é ajustado para um valor típico para o respectivo processo conforme mencionado acima, antes de se submeter o fundido resultante ao respectivo processo.

Os componentes da matriz vítrea, referidos aqui posteriormente como "componentes da matriz" são escolhidos de uma faixa estreita de ingredientes e são fornecidos em quantidades específicas para produzirem propriedades ótimas de barreira de oxigênio e de retenção de sabor.

O primeiro componente da matriz é um hidrolisado de amido.

Os hidrolisados de amido adequados incluem maltodextrina e xarope de milho. O hidrolisado de amido, de preferência, tem uma equivalência média de dextrose ("DE") de 5 a 25, mais de preferência, de 6 a 23, ainda mais de preferência, de 10 a 20, e mais de preferência, de 15 a 19.

O hidrolisado de amido está presente em uma quantidade de 50 a 97% em peso, com base no peso total da matriz vítrea, mais de preferência, de 60 a 95%, mais de preferência, de 70 a 93%, como por exemplo, de 75 a 90%.

Um segundo componente da matriz é um amido modificado hidrofobicamente e mais de preferência, um amido alquenil succinado.

O amido alquenil succinado, de preferência, tem um grau de substituição de 0,001 a 0,9. O grau de substituição indica o número de grupos funcionais alquenil succínicos por unidades de glicose. Assim sendo, um grau

de substituição de 0,001 significa que existe um grupo funcional alquenil succínico por 1.000 unidades de glicose. O grau de substituição, mais de preferência, é de 0,005 a 0,3, e mais de preferência, é de 0,01 a 0,1, como por exemplo, de 0,015 a 0,05.

- 5 O amido alquenil succinado, de preferência, é um amido alquenil succinado C3 a C14, mais de preferência, C4 a C12 e, mais de preferência, C5 a C10, como por exemplo, C7 a C9.

10 Mais de preferência, o amido alquenil succinado é o amido octenil succinado. Idealmente o amido octenil succinado tem um grau de substituição que não é maior do que 0,03, mais de preferência, não maior do que 0,02.

15 O amido hidrofobicamente modificado está presente em uma quantidade de 3 a 50% em peso, com base no peso total da matriz vítrea, mais de preferência, de 5 a 40%, mais de preferência, de 7 a 30%, como por exemplo, de 10 a 25%.

20 Além destes componentes essenciais, poderão estar presentes outros ingredientes. Ingredientes adicionais adequados incluem polímeros, como proteínas, carboidratos poliméricos e outros materiais poliméricos. Os materiais poliméricos, de preferência, são compostos de polímero hidrófilos para melhorar ainda mais as propriedades de barreira de oxigênio. Assim sendo, a matriz poderá ser composta de hidrocolóides. Além disso, mais polímeros hidrófobos poderão estar presentes na matriz para fornecerem algum caráter lipofílico para a matriz vítrea e portanto para proteger melhor as partículas contra a umidade. Além disso, a matriz poderá conter outros

25 componentes que não são poliméricos, mas que poderão auxiliar na formação de uma matriz vítrea densa ou que poderão ser adicionados por outra razão. Exemplos de componentes não poliméricos adequados incluem os dissacarídeos.

Proteínas adequadas incluem caseínas, proteínas de trigo,

proteína de soja, e/ou gelatina. Estas proteínas têm boas propriedades de emulsificação e de formação de filme.

O componente da matriz poderá também ser composto de monossacarídeos, como pentoses ou hexoses ou misturas dos mesmos.

- 5 Pentoses adequadas incluem D-Apiose, L-Arabinose, 2-Deoxi-D-ribose, D-Lixose, 2-O-Metil-D-xilose, D-Ribose, D-Xilose. Hexoses adequadas incluem L-Fucose, L-Galactose, D-Galactose, D-Glicose, D-Manose, L-Ramnose, e L-Manose.

- 10 Conforme mencionado acima, os dissacarídeos também são componentes de matriz úteis possíveis.

- 15 Mono- e di-sacarídeos poderão ser reduzidos aos álcoois correspondentes, por exemplo, xilitol, sorbitol, D-manitol e/ou maltitol. Da mesma forma, a oxidação a ácidos adônico, di-carboxílicos ou a ácidos urônico e reações com ácidos, álcalis ou compostos amino podem produzir vários outros compostos, como por exemplo, isomaltol, que poderão ser contidos no componente da matriz.

- 20 O componente da matriz poderá ser composto de misturas dos carboidratos mencionados acima e/ou abaixo, e seus derivados e/ou proteínas. Por exemplo, mono-, di- ou tri sacarídeos e/ou seus produtos de reação (supra) poderão ser utilizados como aditivos em conjunto com uma proteína ou matriz baseada em polissacarídeos e portanto produzir propriedades conforme seja desejado para o componente da matriz.

- 25 O componente da matriz poderá ser composto de oligossacarídeos contendo 3 - 10 unidades de mono-sacarídeo, como maltopentose, fruto- e/ou galactooligo- sacarídeos.

Alternativamente e/ou adicionalmente, o componente da matriz poderá ser composto de polissacarídeos contendo mais de 10 unidades de monossacarídeos por molécula. Estes polissacarídeos podem ser lineares (celulose, amilose), e/ou ramificados (amilopectina, glicogeno). Eles podem

incluir grupos carboxila (pectina, alginato, carboximetilcelulose, ou grupos fortemente acidulados (furcelaran, carragenano ou amido modificado). Eles podem ser modificados quimicamente por derivação como substituintes neutros (no caso, por exemplo, de metil etil celulose e hidroxipropil celulose) ou substituintes ácidos (com grupos carboximetil sulfato ou fosfato).

O componente da matriz poderá ser composto de gomas e/ou hidrocolóides, como por exemplo, goma arábica, goma de tragacanto, goma Karaya, algas marinhas ou extratos de conchas, tais como agar, carragenano, fucoidano, ácido algínico, laminaran, furcelaran e/ou chitosano, ou polissacarídeos microbianos, como por exemplo, dextrano, pululano, elsinano, curdlano, escleroglucano, levano, xantano, gelano, goma welano e goma ramsano.

Além disso, a goma gati, goma, goma Karaya, laminarana ou pectinas poderão ser usados na formulação do componente da matriz.

Outros parâmetros e componentes do processo de formação de uma matriz vítrea ao redor das cápsulas coacervadas depende do processo respectivo escolhido. A pessoa versada é capaz, através de uma experiência de tentativa e erro simples, ajustar estes parâmetros e/ou adicionar estes componentes.

De acordo com uma realização preferida, a matriz vítrea é formada através de extrusão em parafuso. Neste caso, poderá ser preparada uma mistura composta dos componentes da matriz, das cápsulas coacervadas e aditivos opcionais, como por exemplo, um agente lubrificante. Através de uma outra adição de água, a viscosidade poderá ser ajustada para o valor requerido. Para a extrusão por parafuso, tipicamente 5 - 10% em peso, de preferência, 7 - 9% em peso da água total está presente na mistura antes da alimentação da mistura para uma extrusora em parafuso e a extrusão na mistura através de uma matriz. A água total refere-se à água residual presente nos componentes da mistura mais a água adicionada na mistura. Na matriz, a

matriz vítrea extrusada composta das cápsulas coacervadas poderá ser cortada em partículas. As partículas estrusadas por parafuso, de preferência, têm um teor de água de 5 - 10% em peso.

Em outra realização da invenção atual, a matriz vítrea é formada através de secagem por aspersão. Nesse caso, é preparada uma mistura composta principalmente dos componentes da matriz, das cápsulas coacervadas e água. Outra vez, a adição de água auxilia o ajuste da viscosidade para os valores requeridos para a secagem por aspersão. A mistura pretendida para a secagem por aspersão poderá ser composta de 30 - 99% em peso de água, de preferência, 35 - 80% em peso, ou mais de preferência, 40 - 65% em peso. A mistura é então secada por aspersão para a remoção da água para produzir as partículas. As partículas secadas por aspersão, de preferência, têm um teor de água de 1 - 5% em peso.

Ainda em uma outra realização da invenção atual, a matriz vítrea é feita por aglomeração por aspersão ou revestimento por aspersão. Neste caso, poderá ser preparada uma solução composta dos componentes da matriz e água. Tipicamente, esta solução poderá ser composta de 10 - 99% em peso de água, de preferência, 30 - 80% em peso, e mais de preferência, 40 - 65% em peso. As cápsulas secas coacervadas, de preferência, são colocadas em uma câmara de leito fluido onde elas são fluidizadas por intermédio de uma corrente de gás quente ascendente. A solução de componentes da matriz é então de preferência aspergida sobre os coacervados secos fluidizados e secada simultaneamente pela corrente gasosa quente para induzir a aglomeração e/ou revestimento dos coacervados por intermédio de uma matriz vítrea seca.

Dependendo do tamanho das cápsulas coacervadas e outros fatores, pode ser executada a aglomeração ou o revestimento simples. Mais especialmente, com coacervados menores do que 200 μm , a aglomeração poderá ser evitada com dificuldade. Ao contrário, se as cápsulas coacervadas

são iguais ou maiores do que 200 μm , a pessoa versada será capaz de revestir por aspersão ou aglomerar por aspersão, por exemplo, através da modificação dos parâmetros de processo, como o teor de água da solução ou a velocidade de aspersão.

5 Em uma outra realização, a matriz vítrea é preparada através de granulação por aspersão. Neste caso, é preparada uma mistura composta principalmente dos componentes de matriz, as cápsulas coacervadas e água. Esta mistura poderá ser composta de 30 - 99% em peso de água, de preferência, 35 - 80% em peso, mais de preferência, 40 - 65% em peso. A
10 pessoa versada poderá variar o processo de granulação por aspersão de acordo com a sua preferência. Por exemplo, a mistura poderá ser aspergida através de um orifício para dentro de uma câmara vazia de uma máquina de leite fluido, na qual ela é secada pela corrente de gás quente fluidizante. Nesse caso, as partículas pequenas resultantes da secagem por aspersão da mistura são
15 formadas in situ e servirão como sementes. Esta sementes, de preferência, serão direcionadas repetitivamente na direção da zona de orifícios através de turbulências da movimentação rápida de gás e serão adicionalmente revestidas por gotas novas da mistura úmida que sai do orifício. Geralmente,
20 as sementes irão crescer e tornar-se grânulos enquanto que parte das gotas da mistura úmida formará novas sementes. Tal processo poderá ser executado em batelada ou no modo contínuo. No último, os grânulos são continuamente descarregados da câmara.

 Outro exemplo de granulação por aspersão adequado para uso na invenção atual é apresentado na WO-A2-02/47492 da página 4, linha 8 até
25 a página 13, linha 12, os teores da qual são incorporados aqui como referência.

 Ainda em outra realização, a matriz vítrea é feita através de extrusão de uma mistura composta dos componentes da matriz, das cápsulas coacervadas, água, e opcionalmente, outros aditivos para dentro de um

solvente frio. Assim sendo, os componentes da matriz, de preferência são dissolvidos em água e são aquecidos para a redução do teor de água até cerca de 6 - 10% em peso. Posteriormente, poderá ser adicionado um dos emulsificantes e ele cápsulas coacervadas na mistura de serem dispersadas uniformemente, por exemplo, através de agitação o mexida. A mistura poderá ser extrusada através de orifícios com cerca de 0,5 - 2 milímetros sob 2,5 - 6 bar em um vaso receptor contendo um solvente frio, por exemplo, a 2 ° C ou menor, de preferência, menor de 0 ° C, ainda mais de preferência, -3 ° C ou menor. Os bastões resultantes poderão ser reduzidos em tamanho, por exemplo, através de corte. As partículas poderão ser removidas do solvente frio e secadas.

De acordo com uma realização preferida, a parede ao redor do ingrediente ativo obtida por coacervação forma um revestimento interno e a matriz vítrea forma um revestimento externo. Se desejado poderão ser aplicados revestimentos adicionais.

Os ingredientes ativos nas cápsulas coacervadas adicionalmente e encapsuladas em uma matriz vítrea são estabilizados nas partículas resultantes. A "estabilidade" ou "estabilização", no contexto da invenção atual, e mais especialmente no contexto de um óleo rico em PUFA, poderá ser determinada organolepticamente e é definida como tendo ocorrência reduzida de produtos típicos de oxidação (cheiro).

O gosto indesejável ou desagradável, cheiro ou amargura do ingrediente ativo, quando presentes nas partículas da invenção atual, são substancialmente reduzidos se comparados com os ingredientes ativos não encapsulados de acordo com a invenção atual. Os cheiros e o gosto desagradável poderão ser avaliados através de cheirar-se e a amargura e/ou acidez do ingrediente ativo nas partículas poderá ser avaliado através de ingestão, mastigação e engolir as partículas. Em ambos os casos, pode ser feita uma comparação com ingredientes ativos idênticos que não são

encapsulados.

A aceitação organoléptica (gosto indesejável ou desagradável, cheiro ou amargura, por exemplo) de produtos alimentícios contendo nutrientes encapsulados ou não encapsulados ou com outros aditivos alimentícios funcionais, de preferência, é avaliada por um painel composto pelo menos de 20 voluntários treinados. De preferência, os voluntários têm experiência na avaliação e/ou na avaliação de sabores em alimento. As diferenças, de preferência, são analisadas com um meio de comparação Duncan com 90% de certeza.

O produto alimentício composto de partículas, de preferência tem uma atividade na água inferior a 0,5, mais de preferência, menor do que 0,45, mais de preferência, abaixo de 0,4, mais de preferência, abaixo de 0,35, mais de preferência, abaixo de 0,3, e mais de preferência, abaixo de 0,25, 0,2, 0,15 ou mesmo abaixo de 0,1. Com baixa disponibilidade de água livre em um produto alimentício, a matriz de partículas permanece intacta durante um tempo prolongado e portanto protege melhor o ingrediente ativo contra o oxigênio.

A atividade da água, de preferência é medida com um aparelho Aqualab CX-2 (Degagon Devices, Inc., Pullman, Washington, USA) usado de acordo como o manual do usuário.

Em uma realização, um produto alimentício para uso na invenção é escolhido de uma sopa instantânea, um cereal de café da manhã, um leite em pó, um alimento para crianças, uma bebida potente para jovens, uma bebida potente de chocolate, uma pasta, uma bebida potente de cereal, uma goma de mascar, um tablete efervescente, uma barra de cereal, e uma barra de chocolate.

Os leites em pó ou bebidas são produtos que usualmente são consumidos depois de reconstituição do produto com água, leite e/ou um suco, ou outro líquido aquoso.

O produto alimentício para uso na invenção, de preferência, é um particulado ou um alimento em pó. As partículas da invenção poderão ser adicionadas facilmente no mesmo por intermédio de mistura a seco.

Os exemplos seguintes representam realizações específicas da invenção atual sem limitar o seu escopo geral.

Exemplos

Exemplos 1 e 2

5 Preparação de microcápsulas coacervadas através de uma coacervação complexa

Uma solução de estoque ("A") de gelatina (pork gelatine type A, 275 Bloom) foi preparada misturando-se 680 g de água deionizada morna e 20 g de gelatina em um vaso até ficar completamente dissolvida; a solução
10 foi então aquecida e mantida a 50 ° C.

Uma solução de estoque ("B") de goma arábica e goma arábica (Efficacia®, da CNI) foi preparada misturando-se 180 g de água deionizada fria e 20 g de goma arábica em um vaso até ficar completamente dissolvida; a solução foi então aquecida e mantida a 50 ° C.

15 24,2 g da solução A foram misturadas com 24,2 g da solução B em um vaso sob agitação suave (a relação gelatina/goma arábica é de 1:1). O pH foi ajustado para 4,5 com uma solução aquosa de solução lática a 50%, peso/peso.

33,9 g de óleo de peixe foram lentamente adicionadas na mistura de gelatina e goma arábica e homogeneizada com um dispersador
20 Ultra-Turrax® a 5000 RPM durante 5 minutos para alcançar um tamanho médio de gota de 10 - 20 µm. A mistura em alta tração foi interrompida e a emulsão foi então agitada com um agitador standard durante o resto do processo para se evitar a coalescência das gotas. O sistema foi então diluído através da adição de 117,7 g de água deionizada morna, para trazer a
25 concentração total de hidrocolóides para 3%, peso/peso. A mistura foi então resfriada a 10 ° C em uma velocidade de 0,5 ° C. min⁻¹. A velocidade de agitação foi ligeiramente reduzida, e então, de acordo com o exemplo 1, o pH foi ajustado para 7, foram adicionadas 0,97 g de transglutaminase (ACTIVA® WM fornecida pela Ajinomoto) na mistura e a reticulação prosseguiu durante

a noite a 10 ° C enquanto que, de acordo com o exemplo 2, 0,10 g de glutaraldeído a 50%, peso/peso, foram adicionadas na mistura e a reticulação prosseguiu durante a noite a 20 ° C.

As experiências foram repetidas e as suspensões de coacervados obtidas foram secadas de acordo com qualquer dos seguintes três métodos (a), (b) e (c) abaixo. Os produtos resultantes são designados como 1a, 1b, 1c, 2a, 2b e 2c (1(a) significando o exemplo 1 secado de acordo com o método (a) e assim por diante):

(a) Secagem por aspersão para obter-se uma matriz vítrea

69,5 g de uma mistura de 90% de maltodextrina 18DE (ex. Roquete) e 10% de amido modificado (Capsul®, ex National Starch) foram adicionadas na suspensão de coacervados e intensamente misturadas na temperatura ambiente até ficarem completamente dissolvidas. A suspensão de coacervado foi então secada por aspersão em um secador de aspersão de planta piloto (Niro FSDO.8) equipado com um volante rotativo operado a 30.000 RPM. A temperatura de entrada era de 200 ° C, enquanto que a temperatura de saída foi mantida a 85 ° C através do controle da velocidade da bomba. O resultado foi um pó de livre escoamento de partículas composto de microcápsulas coacervadas tendo um diâmetro médio de 50 µm, as microcápsulas sendo adicionalmente encapsuladas em uma matriz vítrea composta de material de carboidrato polimérico.

(b) Secagem por aspersão na ausência de uma matriz vítrea

1 grama de agente anti-formação de torta (dióxido de silicone) foi adicionada na suspensão de coacervado como auxiliar de processamento. A suspensão de coacervado foi então secada por aspersão em um secador de aspersão de planta piloto (Niro FSDO.8) equipado com um volante rotativo operado a 30.000 RPM. A temperatura de entrada era de 150 ° C, enquanto que a temperatura de saída foi mantida a 100 ° C controlando-se a velocidade da bomba. Foi produzido um pó de livre escoamento.

(c) Granulação por aspersão para obter-se uma matriz vítrea

69,5 g de uma mistura de 90% de maltodextrina 18 DE (ex. Roquette) e 10% de amido modificado (Capsul®, ex National Starch) foram adicionadas na suspensão de coacervado e foram intensamente misturadas na temperatura ambiente até ficarem completamente dissolvidas. Esta suspensão foi aspergida em um leito fluidizado de planta piloto (Glatt AGT150) equipado com orifício de 2 mm para 2 fluidos montado para a aspersão no fundo e operando a 1 bar(100 kPa) de pressão de gás de atomização. A temperatura de entrada era de 120 ° C, enquanto que a temperatura de saída foi mantida a 60 ° C controlando-se a velocidade da bomba peristáltica. O fluxo de gás fluidizante/secativo foi ajustado em 140 m³/h. O secador de leito fluidizado foi operado no modo contínuo utilizando-se um classificador de ziguezague (fluxo de gás ajustado a 0,2 bar(20 kPa)) para descarregar continuamente os grânulos e controlar o tamanho médio desejado de partícula. O resultado foram grânulos esféricos de livre escoamento nos quais as microcápsulas coacervadas são embebidas em uma matriz de carboidrato vítreo. O tamanho médio de partícula era de 400 microns.

Exemplos 3 de 4

Matriz vítrea encapsulando microcápsulas coacervadas através de extrusão por parafuso

Nos exemplos 3a, 3b e 4a, as cápsulas coacervadas foram encapsuladas por extrusão por parafuso. Em 3a, foram usadas as cápsulas coacervadas secas de 1b, para 3b foram usadas as de 2b, para 3c foram utilizadas as partículas coacervadas duplamente conforme apresentado em WO 04/041251 (partículas coacervadas duplamente deste tipo são disponíveis comercialmente como MEG-3® da Ocean Nutrition, Canada (ONC). Para 4ª, foram usadas as cápsulas coacervadas de 1a.

Em 3a, 3b e 3c, antes da extrusão, foi preparada uma mistura misturando-se em um misturador de alta tração, 200 g de cápsulas secas

coacervadas, 252 g de maltodextrina 18 DE (ex Roquette Frères), e 28 g de amido modificado (Capsul® ex. National Starch) e 5 g de agente lubrificante (número interno 53.128). Durante a adição destes componentes, foram também adicionadas lentamente 15 g de água no misturador para ajuste da viscosidade do produto final.

Em 4a, antes da extrusão, foi preparada uma mistura misturando-se, em um misturador de alta tração, 475 g de cápsulas coacervadas secas e 5 g de agente lubrificante (número interno 53.128). Durante a adição destes componentes, foram também adicionadas lentamente 20 g de água no misturador para o ajuste da viscosidade do produto final.

Para cada exemplo, a mistura foi então alimentada para uma extrusora de parafusos gêmeos com a mesma rotação ThermoPRISM modelo KX-16Eurolab. A extrusora tinha uma configuração de parafuso de baixa tração, um diâmetro de barril de 16 mm, uma abertura de matriz com diâmetro de 2,1 mm, L/D de 25:1. A velocidade do parafuso foi ajustada a 200 RPM com uma velocidade de 0,6 kg.h⁻¹. Ajustando-se o perfil da temperatura do barril a 110 ° C-100 ° C- 20 ° C - 20 ° C a pressão na matriz foi mantida entre 1 e 5 bar (100 a 500 kPa).

O produto fundido saindo da matriz da extrusora foi cortado em esferas distintas com um cortador a 60 RPM. Os grânulos foram então direcionados e resfriados em um ciclone na temperatura ambiente.

Exemplo 5 e 6

Matriz vítrea, microcápsulas coacervadas encapsuladas através de secagem por aspersão ou por granulação por aspersão.

Cápsulas coacervadas secas dos exemplos 1a, 1b e 3c foram cercadas por uma matriz vítrea através de secagem por aspersão, para produzirem os exemplos 5a, 5b, 5c ou granulação por aspersão para produzirem os exemplos 6a, 6b, e 6c.

Foi preparada uma solução misturando-se 225 g de

maltodextrina 18DE (fornecida pela Roquette Frères), 25 g de amido modificado (Capsul® da National Starch) e 700 g de água fria em um vaso até ficar completamente dissolvida. A solução foi então mantida sob agitação suave. Foram adicionadas 250 g de cápsulas secas coacervadas e foi feita uma
5 mistura intensa na temperatura ambiente até ser formada uma suspensão de coacervado completamente homogênea.

Nos exemplos 5a, 5b, e 5c, a suspensão de coacervado foi secada por aspersão em um secador de aspersão de planta piloto (Niro FSDO.8) equipado com um volante rotativo operado a 30.000 RPM. A
10 temperatura de entrada era de 210 ° C, enquanto que a temperatura de saída foi mantida a 85 ° C através do controle da velocidade da bomba peristáltica. O resultado foi um pó de livre escoamento.

Nos exemplos 6a, 6b, e 6c, a suspensão de coacervado foi aspergida em um leito fluidizado de planta piloto (Glatt AGT150) equipado
15 com um orifício de 2 mm para 2 fluidos montado para aspersão pelo fundo e operando a 1 bar (100 kPa) de pressão de gás de atomização. A temperatura de entrada era de 120 ° C, enquanto que a temperatura de saída foi mantida a 60 ° C controlando-se a velocidade da bomba peristáltica. O fluxo de gás fluidizante/secativo foi ajustado a 140 m³/h. O secador de leito fluidizado foi
20 operado no modo contínuo utilizando-se um classificador a ar em ziguezague (fluxo de gás ajustado a 0,2 bar (20 kPa)) para descarregar continuamente os grânulos e controlar o tamanho médio de partícula desejado. O resultado foram grânulos de livre escoamento tendo um tamanho médio de partícula de 400 microns.

Exemplo 7

25 Matriz vítrea encapsulando microcápsulas coacervadas através de aglomeração por aspersão

As cápsulas coacervadas secas dos exemplos 1a, 1b e 3c foram cercadas por uma matriz vítrea através de aglomeração por aspersão para produzirem a amostra 7a, 7b e 7c.

Uma solução ("C") foi preparada misturando-se 225 g de maltodextrina 18DE (ex. Roquette Frères), e 25 g de amido modificado (Capsul® ex National Starch) e 250 g de água fria em um vaso até ficarem completamente dissolvidas; a solução foi então mantida sob agitação suave a 50 ° C.

- 5 Um leito fluidizado Aeromatic Fielder Streal foi alimentado com 250 g de cápsulas coacervadas secas e a solução C foi então aspergida sobre um leito fluidizado equipado com um orifício de 1 mm para 2 fluidos montado para aspersão pelo fundo e operando a 2 bar (200 kPa) de pressão de gás de atomização. A temperatura de entrada era de 80 ° C, enquanto que a
- 10 temperatura de saída foi mantida a 60 ° C controlando-se a velocidade da bomba peristáltica. O resultado foi um aglomerado de livre escoamento tendo um tamanho médio de partícula em torno de 200 microns.

Tabela 1: Características das partículas

Exemplo	Tamanho das cápsulas coacervadas	Tamanho médio da partícula	Carga de óleo de peixe	Teor de água
1A	20gm	50gm	30%	em torno de 4%
1B	20gm	20gm	80%	em torno de 2%
1C	20gm	400gm	30%	em torno de 4%
2A	20gm	50gm	30%	em torno de 4%
2B	20gm	20gm	80%	em torno de 2%
3A	20gm	2200gm	26%	em torno de 8%
3B	20gm	2200gm	26%	em torno de 8%
3C	40gm	2200gm	21%	em torno de 8%
4	50gm	2200gm	27%	em torno de 8%
5A	20gm	50gm	35%	em torno de 4%
5B	20gm	50gm	35%	em torno de 4%
5C	40gm	50gm	30%	em torno de 4%
6A	20gm	400gm	35%	em torno de 4%
6B	20gm	400gm	35%	em torno de 4%
6C	40gm	400gm	30%	em torno de 4%
7A	20gm	200gm	35%	em torno de 4%
7B	20gm	200gm	35%	em torno de 4%
7C	40gm	200gm	30%	em torno de 4%

REIVINDICAÇÕES

1. Partícula, caracterizada pelo fato de que compreende um ingrediente ativo que é encapsulado em uma ou mais cápsulas coacervadas, as uma ou mais cápsulas coacervadas sendo adicionalmente encapsuladas em
5 uma matriz vítrea, onde a matriz vítrea compreende:

(i) 3 - 50% em peso de um amido modificado hidrofobicamente, e

(ii) 50 - 97% em peso de um hidrolisado de amido.

2. Partícula de acordo com a reivindicação 1, caracterizada
10 pelo fato do amido modificado hidrofobicamente ser um amido alquenil succinado.

3. Partícula de acordo com a reivindicação 2, caracterizada pelo fato do amido modificado hidrofobicamente ser um amido alquenil succinado C3 a C14.

15 4. Partícula de acordo com a reivindicação 3, caracterizada pelo fato do amido alquenil succinado ser um amido octenil succinado.

5. Partícula de acordo com qualquer das reivindicações anteriores, caracterizada pelo fato do hidrolisado de amido ter uma equivalência de dextrose de 5 a 25.

20 6. Partícula de acordo com qualquer uma das reivindicações precedentes, caracterizada pelo fato do ingrediente ativo na mesma ser um óleo rico em ácidos graxos poliinsaturados (PUFAs).

7. Método de preparação de uma partícula que encapsula um ingrediente ativo, caracterizado pelo fato de que compreende as etapas de
25 encapsulamento de um ingrediente ativo através de coacervação, para obter-se uma ou mais cápsulas coacervadas, e a formação de uma matriz vítrea ao redor de uma ou mais cápsulas coacervadas, onde a matriz vítrea compreende, como componentes de matriz:

(i) 3 - 50% em peso de um amido modificado

hidrofobicamente, e

(ii) 50 - 97% em peso de um hidrolisado de amido.

5 8. Método de acordo com a reivindicação 7, caracterizado pelo fato da etapa de formação de uma matriz vítrea ao redor das cápsulas coacervadas ser feita através de secagem por aspersão, granulação por aspersão, aglomeração e/ou extrusão por aspersão das cápsulas coacervadas em conjunto com os componentes da matriz.

10 9. Método de acordo com a reivindicação 7 ou a reivindicação 8, caracterizado pelo fato de que o processo de coacervação é composto da etapa de reticulação de um ou mais hidrocolóides que formam uma camada ao redor do ingrediente ativo.

15 10. Uso de uma matriz vítrea como definida em qualquer das reivindicações 1 a 5, caracterizado pelo fato de ser para encapsular uma ou mais cápsulas coacervadas para mascarar um gosto indesejável e/ou desagradável, cheiro ou amargura de um ingrediente ativo que se destina à ingestão oral.

RESUMO

“PARTÍCULA, MÉTODO DE PREPARAÇÃO DE UMA PARTÍCULA QUE ENCAPSULA UM INGREDIENTE ATIVO, E, USO DE UMA MATRIZ VÍTREA”

- 5 A invenção atual refere-se a partículas compostas de um ingrediente ativo. O ingrediente ativo é encapsulado através de coacervação e adicionalmente é encapsulado por intermédio de uma matriz vítrea. A matriz vítrea é composta de 3 - 50% em peso de um amido hidrofobicamente modificado, e 50 - 97% em peso de um hidrolisado de amido. As partículas
- 10 são úteis para o encapsulamento de ingredientes ativos que se destinam à ingestão oral e poderão ser adicionados a produtos alimentícios.